

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

ВЕСЕОЮЗНАЯ
ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА МСА

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

411962

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 03.VI.1972 (№ 1792660/22-1)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 25.I.1974. Бюллетень № 3

Дата опубликования описания 21.VIII.1974

М. Кл. В 22f 9/00
С 22b 53/00

УДК 621.762.242(088.8)

Автор
изобретения

В. И. Евдокимов

Заявитель

Институт новых химических проблем АН СССР

СПОСОБ МЕТАЛЛОТЕРМИЧЕСКОГО ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ

Изобретение относится к производству порошков тугоплавких металлов металлтермическим восстановлением.

Известен способ металлтермического получения порошков тугоплавких металлов, заключающийся в том, что восстановление хлорида, например титана, осуществляют металлом-восстановителем, например магнием, причем процесс ведут при непрерывной циркуляции жидкости восстановителя и образующегося хлорида, полученную суспензию порошка в металле-восстановителе удаляют из реактора.

Предлагаемый способ отличается от известного тем, что, с целью повышения однородности порошка и предотвращения осаждения частиц на стенках реактора, осуществляют направленную циркуляцию металла-восстановителя, который в виде струи подают в реакционную зону навстречу парам хлорида, и процесс восстановления проводят на поверхности образующихся и находящихся во взвешенном состоянии частиц-зародышей тугоплавкого металла до тех пор, пока укрупненные частицы под действием гравитационных сил не уходят в отстойник, откуда их удаляют из под слоя жидкого хлорида металла-восстановителя.

На чертеже изображена схема установки,

на которой может быть осуществлен предлагаемый способ.

Способ осуществляется следующим образом.

Жидкий металл-восстановитель, например магний, подают из котла-отстойника 1 в реакционную камеру 2 с помощью центробежного насоса 3, причем металл подают в реакционную камеру 2 в виде непрерывно циркулирующей вертикальной струи. Навстречу струе поступают пары хлорида тугоплавкого металла, например четыреххлористого титана.

В реакционной зоне происходит образование частиц-зародышей тугоплавкого металла и дальнейший процесс восстановления парообразного хлорида протекает главным образом на поверхности твердой фазы. Рост зародышей порошка происходит преимущественно во время прохождения их через реакционную камеру 2.

Образовавшиеся частицы в струе жидкого металла находятся во взвешенном состоянии и непрерывно циркулируют в ней до тех пор, пока не достигнут определенного размера. По мере укрупнения они осаждаются под действием гравитационных сил в нижнюю часть котла-отстойника 1. Размер частиц порошка определяется соотношением скорости их осаждения к скорости циркуляции металла-вос-

становителя, и поэтому может регулироваться изменением кратности циркуляции.

Таким образом, предлагаемая технология обеспечивает получение порошков однородного гранулометрического состава, не содержащего пирофорных фракций.

Осевший порошок тугоплавкого металла, например титана, скапливается в нижней части котла-отстойника 1 под слоем жидкого хлористого металла-восстановителя, например магния, откуда он выгружается с помощью шнека 4.

Пример. 2—2,5 кг жидкого магния подают в предварительно заполненный аргоном и нагретый до температуры 700°C котел-отстойник 1, затем включают центробежный насос 3 и регулируют число оборотов таким образом, чтобы фонтанируемый жидкий магний не достигал крышки реакционной камеры 2. Далее тетрахлорид титана подают с такой скоростью, чтобы реакция восстановления в основном проходила в средней части реакционной камеры 2. О положении реакционной зоны можно судить по показаниям термопар, расположенных на различной высоте реакционной камеры 2.

В зоне прохождения реакции развивается наиболее высокая температура.

По мере накопления титанового порошка под слоем хлористого магния его выгружают шнеком 4 в приемник, а в котел-отстойник 1 подают новую порцию магния.

В таблице приведен гранулометрический состав различных образцов титанового по-

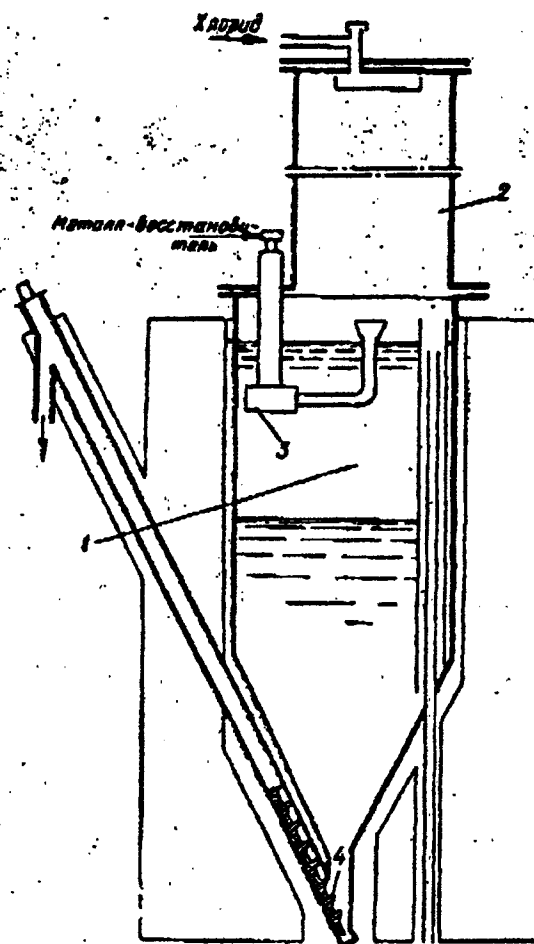
рошка, полученного по предлагаемой технологии.

№ пробы	Содержание фракции, %			
	+ 0,4 мм	- 0,4 + + 0,1 мм	- 0,1 + + 0,05 мм	- 0,05 мм
1	16,6	72,2	11,0	0,2
2	16,5	74,6	7,6	1,3
3	16,5	68,1	13,4	2,0
4	18,9	73,3	6,5	1,3
5	21,3	70,7	5,1	2,9

Предмет изобретения

Способ металлотермического получения порошков тугоплавких металлов восстановлением их хлоридов циркулирующим жидким металлом-восстановителем, отличающийся тем, что, с целью повышения однородности порошка и предотвращения осаждения частиц на стенках реактора, циркуляции подвергают металл-восстановитель, который в виде струи подают в реакционную зону навстречу парам хлорида, и процесс восстановления проводят на поверхности образующихся и находящихся во взвешенном состоянии частиц-зародышей тугоплавкого металла до тех пор, пока укрупненные частицы под действием гравитационных сил не уходят в отстойник, откуда их удаляют из-под слоя жидкого хлорида металла-восстановителя.

411962



Составитель Г. Портнова

Редактор И. Козлова

Техред Е. Борисова

Корректор А. Васильева

Заказ 1185/183

Изд. № 430

Тираж 811

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР

по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харк. фил. пред. «Патент»

TRANSLATION

RUSSIAN PATENT 411962

Appln. file June 5, 1972 (No. 1792660/22-1)

Published January 25, 1974, Bulletin No. 3

Specification published August 21, 1974

Inventor: V. H. Yevdokimov

Applicant: Institute for new chemical problems AN SSSR

METHOD FOR METALLOTHERMAL OBTAINING OF POWDERS OF DIFFICULTLY
FUSIBLE METALS

The invention relates to the production of powders of
difficultly fusible metals by metallothermal reduction.

There is known a method of metallothermal obtaining of
powders of difficultly fusible metals, consisting in that the
reduction of the chloride, for example of titanium, is performed
by a metal-reducing agent, for example magnesium, in which the
process is conducted with continuous percolation of the liquid of
a reducing agent forming the chloride; the suspension obtained of
the powder in the metal reducing agent is removed from the
reactor.

The proposed method is distinguished from the known method
in that, with the aim of improving the homogeneity of the power
and of preventing the settling of particles on the walls of the
reactor, there is brought about an aiming of the circulation of
the metal-reducing agent, which in the form of a jet falls into

the reaction zone toward the chloride vapors, and the process of reduction is conducted on the surface of the seed particles of the difficultly fusible metal, forming and present in a suspended state, until the enlarged particles under the action of gravitational forces go into a settling tank, from where they are removed from under the layer of liquid chloride of the metal-reducing agent.

In the drawing there is represented the schema (diagram) of the apparatus on which it is possible to execute the proposed method.

This method is realized in the following manner:

A liquid metal-reducing agent, for example magnesium, is fed from the settling tank 1 into the reaction chamber 2 with the aid of a centrifugal pump 3, in which process the metal is sent into the reaction chamber 2 in the form of a continuously circulating vertical jet. To meet the jet there enter chloride vapors of the difficultly fusible metal, for example titanium tetrachloride.

The particles forming in the jet of liquid (molten) metal are present in a suspended state and circulate continuously in it until they achieved a determined dimension. As they are enlarged they settle under the action of gravitational forces in the lower part of the settling tank 1. The size of the powder particles is

determined by the relation of the speed of their settling to the speed of circulation of the metal-reducing agent, and for this reason can be regulated by alternation of the amount of circulation.

Accordingly, the proposed technology provides for the obtaining of powders of homogeneous granulometric composition, not containing pyrophoric fractions.

The settling powder of the difficultly fusible metal, for example, titanium, accumulates in the lower part of the settling tank 1 under a layer of liquid chloride metal-reducing agent, for example magnesium, from where it is discharged with the aid of the worm 4.

Example. 2-2.5 kg. of liquid magnesium are placed in a settling tank preliminarily filled with argon and heated to a temperature of 700°C. There is then engaged the centrifugal pump 3 and the number of revolutions is regulated in such manner that the spouting liquid magnesium does not reach the roof of the reaction chamber 2. Furthermore, titanium tetrachloride falls with such speed that the reduction reaction proceeds essentially in the middle part of the reaction chamber 2. It is possible to judge the position of the reaction zone by the indication of thermocouples disposed at different height(s) of the reaction chamber 2.

The highest temperature is developed in the zone of passage of the reaction.

As the titanium chloride accumulates under the layer of magnesium chloride, it is discharged by the worm 4 into a receiver, and a new portion of magnesium is placed in the settling tank 1.

In the table there is presented the granulometric composition of different samples of titanium powder obtained by the proposed technology.

Content of fraction, %				
Fraction No.	+ 0.4mm	-04. + + 0,1 mm	- 0.1 + + 1.15 mm	- 0.15(?) mm
<u>Cf. Original figures are somewhat illegible</u>				
1	16.6	72.2	11.0	0.2
2	16.5	74.6	7.6	1.3
3	16.5	68.1	13.4	2.0
4	18.9	73.3	6.5	1.3
5	21.3	70.7	5.1	2.9

Object of Invention (Claim)

Method for metallothermal obtaining of powders of difficultly fusible metals by reduction of their chlorides by a circulating liquid reducing agent, characterized in that, with the aim of improving the homogeneity of the powder and preventing the settling of particles on the walls of the reactor, there is circulated a metal-reducing agent which, in the form of a jet, is sent into the reaction zone toward the chloride vapors, and the reduction process is conducted on surfaces that have formed and are present in a suspended state of the embryonic particles of the difficultly fusible metal until the enlarged particles under the action of gravitational forces pass into a settling tank, from which they are removed under a layer of liquid chloride of the metal-reducing agent.